



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto  
is a true copy from the records of the Korean Intellectual  
Property Office.

출 원 번 호 : 특허출원 2003년 제 0070060 호  
Application Number 10-2003-0070060

출 원 년 월 일 : 2003년 10월 08일  
Date of Application OCT 08, 2003

출 원 인 : (주)프탈로스  
Applicant(s) Phthalos Co., Ltd

2004 년 11 월 1 일

특 허 청  
COMMISSIONER



BEST AVAILABLE COPY



【서지사항】

【발명명】특허출원서  
【발명구분】특허  
【발명인】특허청장  
【발조번호】0010  
【출원자】2003.10.08  
【국제특허분류】G03G 005/04  
【발명의 명칭】옥시타타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 이를 위한 장치  
【발명의 영문명칭】Method for Preparing Oxytitanium Phthalocyanine Charge Generating Material and Apparatus for Preparing the same  
【출원인】  
【명칭】(주)프탈로스  
【출원인코드】1-2003-011872-1  
【대리인】  
【명칭】특허법인씨엔에스  
【대리인코드】9-2003-100065-1  
【지정문변리사】손원 .염승윤  
【포괄위임등록번호】2003-048191-2  
【발명자】  
【성명의 국문표기】권종호  
【성명의 영문표기】KWON, Jong Ho  
【주민등록번호】690518-1120626  
【우편번호】612-839  
【주소】부산광역시 해운대구 좌동 1412 등부아파트 106동 401호  
【국적】KR  
【발명자】  
【성명의 국문표기】정기석  
【성명의 영문표기】JUNG, Gi Suck  
【주민등록번호】740710-1122512  
【우편번호】608-811  
【주소】부산광역시 남구 대연1동 871-18 대동빌라 4차 102호  
【국적】KR

▶▶명지	
- {성명의 국문표기}	손우호
{성명의 영문표기}	SON,Woo Ho
{주민등록번호}	741008-1899815
{우편번호}	608-811
{주소}	부산광역시 남구 대연1동 876-13 명진프라임빌 701호
{국적}	KR
▶▶명지	
{성명의 국문표기}	박성수
{성명의 영문표기}	PARK,Sung Soo
{주민등록번호}	560121-1100911
{우편번호}	608-090
{주소}	부산광역시 남구 용호동 176-30 엘지매트로시티 129동 302호
{국적}	KR
▶▶명지	
{성명의 국문표기}	고진필
{성명의 영문표기}	GO,Jin Peel
{주민등록번호}	761202-1919313
{우편번호}	602-022
{주소}	부산광역시 서구 남부민2동 428-239
{국적}	KR
▶▶명지	
{성명의 국문표기}	정현석
{성명의 영문표기}	JUNG,Hyun Suck
{주민등록번호}	770914-1123111
{우편번호}	612-741
{주소}	부산광역시 해운대구 우1동 경동아파트 101동 303호
{국적}	KR
▶사칭구	참구
▶기공개	산청

4지) 특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 심사청구, 특허법 제64조의 규정에 의한 출원 공개를 신청합니다. 대리인 특허법인씨엔에스 (인)

수수료]
【기본출원료】 20 면 29,000 원
【가산출원료】 17 면 17,000 원
【우선권주장료】 0 건 0 원
【심사청구료】 20 항 749,000 원
【합계】 795,000 원
【감면사유】 소기업 (70%감면)
【감면후 수수료】 238,500 원
첨부서류] 1. 요약서·명세서(도면)\_1종 2. 소기업임을 증명하는 서류\_1종

【요약서】

요약

본 발명은 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 이를 위한 장치에 관한 것으로, 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드를 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로파와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파 에너지를 적용하고 30~100℃의 온도에서 0.5~5시간동안 반응시키는 것을 특징으로 하는 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10~3000W의 마크네트론 (1) 과 마이크로파 용기 (2) 내의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위한 모드 교반기 (3), 정확한 반응물의 온도 측정 및 조절을 행하기 위한 PID 방식 온도제어기 (8), 마이크로파 용기 (2)의 상단면에서 세 개 구멍에 삽입된 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4), 응축기 (5), 교반봉 (6), 마이크로 파 용기 (2)의 하단면에 뚫린 한개의 구멍에 삽입된 초음파 텀 (7), 반응물이 투입되 파이어렉스 용기 (9) 및 용매 탱크 (10)로 이루어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생 물질을 합성하는 장치가 제공된다.

본 발명에 의하면, 열에 안정하며 우수한 결정안정성을 갖는 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 효율적으로 제조할 수 있다.

표도

도 2

인어

티타늄 프탈로시아닌, 마이크로파, 초음파, 전하발생물질

【명세서】

발명의 명칭]

옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 이를 위한 장치(Method  
Preparing Oxytitanium Phthalocyanine Charge Generating Material and Apparatus  
Preparing the same)

2면의 간단한 설명]

도 1- 실시예 1의 합성에 1에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회  
패턴

도 2- 실시예 1의 합성에 2에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회  
패턴

도 3- 본 발명에 사용된 마이크로파 발생장치

도 4- 실시예 2에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 5- 실시예 3에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 6- 실시예 4에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 7- 비교예 1에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴 (원내는

타-형 옥시티타늄 프탈로시아닌의 특성 피크)

도 8- 비교예 2에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴 (원내는 베타

3 옥시티타늄 프탈로시아닌의 특성 피크)

도 9- 비교예 3에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴 (원내는 베타

3 옥시티타늄 프탈로시아닌의 특성 피크)

도 10- 실시예 5에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 11- 비교예 4에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 12- 실시예 6에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 13- 실시예 7에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 14- 실시예 2에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 투사 전자현미경 사진

0,000배)

도 15- 비교예 2에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 투사 전자현미경 사진

0,000배)

도 16- 옥시타늄 프탈로시아닌의 전기적 특성을 측정하기위해 본 발명에서 사  
된 광전도체 드럼의 단면도

\*도면의 주요 부호에 대한 설명

- |                      |                   |
|----------------------|-------------------|
| -- 마그네트론             | 2 -- 마이크로파 용기     |
| -- 모드 교반기            | 4 -- K형 열전대       |
| -- 응축기               | 6 -- 교반봉          |
| -- 초음파 텀             | 8 -- PID 방식 온도제어기 |
| -- 파이렉스 용기           | 10 -- 용매 탱크       |
| 11 -- 산화막처리된 알루미늄 드럼 | 12 -- 전하발생층       |
| 13 -- 전하수송층          |                   |

발명의 상세한 설명]

발명의 목적]

발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술]

본 발명은 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 이를 위한 장치에 관한 것으로, 보다 상세하게는 마이크로파와 초음파를 이용하여 결정안정성이 수한 고감도 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 제조하는 방법 및 이를 위한 장치에 관한 것이다.

가시광선영역에서 높은 감광성을 갖는 광전도체들은 복사기, 프린터 등에 광범하게 사용되고 있다. 이러한 광전도체로는 셀레늄, 산화아연, 황화카드뮴 및 다른 무기 전하발생물질을 주성분으로 하는 감광층을 전도성 지지체위에 도포한 것이 널리 용되어왔다. 그러나, 이러한 무기 전하발생물질은 감광성, 열적 안정성, 내수성, 구성 및 복사기나 프린터용으로서 요구되는 다른 물성에 있어서 만족스럽지 못하였. 예를 들면, 황화카드뮴을 사용한 광전도체는 내수성 및 내구성에서 열등하였고, 화아연을 사용한 광전도체는 내구성에 문제가 있었다. 또한 셀레늄 및 황화카드뮴을 사용한 광전도체들은 이들의 제조 및 취급에 제한이 따르는 단점이 있다.

이러한 무기 전하발생물질의 문제점을 해결하기 위해 다양한 유기 전하발생물질이 연구되고 있다. 여러 가지 유기 전하발생물질들 중에서 옥시티타늄 프탈로시아



이 높은 감광성, 우수한 내구성, 뛰어난 열적 안정성 등으로 인해 널리 사용되고  
다.

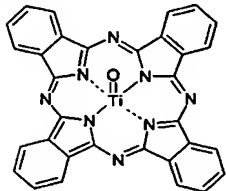
옥시타늄 프탈로시아닌은 여러 가지 결정형태가 존재하는데 그 중 대표적인  
들은 알파-형 (B-형 또는 II-형), 베타-형 (A-형 또는 I-형), 메타-형 (C-형 또는  
I'-형) 그리고 감마-형 (D-형 또는 IV-형) 등이 있다. 이 중 감마-형의 전자사진 특성  
가장 우수하여 전하발생물질로 널리 사용되고 있다. 옥시타늄 프탈로시아닌은  
X-선 회절 패턴에 따라 전자사진특성이 달라지며 여러 회사에서 독자적인 X-선 회  
절 패턴을 특허로써 보호받고 있다. 미국 특허 제5,132,197호에서는 브래그각 9.0,  
.2, 23.9 및 27.1에서 X-선 회절 특성 피크를 가진 옥시타늄 프탈로시아닌을 개  
하고 있으며, 미국 특허 제5,194,354호에서는 브래그각 7.2, 14.2, 24.0 및 27.2  
는 7.4, 10.9 및 17.9 또는 7.6, 9.7, 12.7, 16.2 및 26.4 또는 8.5 와 10.2에서  
선 회절 특성 피크로 지정하였고, 미국 특허 제5,298,353호에서는 브래그각 9.0,  
.2, 23.9 및 27.1 또는 7.4, 9.2, 10.4, 11.6, 13.0, 14.3, 15.0, 15.5, 23.4,  
.1, 26.2 및 27.2도들, 미국 특허 제5,593,805호에서는 브래그각 7.4, 10.2, 12.5,  
.0, 16.3, 18.3, 22.4, 24.2, 25.2 및 28.5도들, 미국 특허 제4,728,592호에서는  
래그각 7.6, 10.2, 12.6, 13.2, 15.1, 16.2, 17.2, 18.3, 22.5, 24.2, 25.3, 28.6,  
.3 및 31.5도들, 미국 특허 제5,252,417호에서는 9.5, 14.3, 18.0, 24.0 및 27.2도  
, 미국 특허 제5,567,559호에서는 브래그각 7.5, 9.3, 13.6, 14.3, 17.9, 24.0,  
.2 및 29.1도 또는 7.4, 9.5, 11.6, 13.6, 14.3, 17.9, 24.0, 27.2 및 29.1도들,  
국 특허 제6,284,420호에서는 브래그각

3, 9.4, 14.0, 24.1, 25.7, 27.2 및 28.5도를, 미국 특허 제4,898,799호에서는 브  
 그각 8.5, 11.7, 15.0, 23.5, 24.1 및 27.3도를, 미국 특허 제4,994,339호에서는  
 래그각 9.6, 11.7, 24.1 및 25.2도를, 미국 특허 제5,039,586호에서는 브래그각  
 8, 9.5, 11.5, 13.4, 18.0, 24.1 및 27.3도를, 미국 특허 제4,664,997호에서는 브  
 그각 9.3, 10.6, 13.2, 15.1, 15.7, 16.1, 20.8, 23.3, 26.3 및 27.1도를, 미국 특  
 제5,213,929호에서는 브래그각 7.4, 22.3, 24.1, 25.3, 27.3 및 28.5도를, 미국  
 허 제5,972,551호에서는 브래그각 7.4, 9.4, 9.7 및 27.3도를, 미국 특허 제  
 447,965호에서는 브래그각 7.3, 9.4, 9.6, 11.6, 13.3, 17.9, 24.1 및 27.2도를,  
 국 특허 제5,350,844호에서는 브래그각 6.8, 9.2, 10.4, 12.3, 13.1, 15.0, 15.6,  
 .0, 20.6, 23.2, 25.3, 26.2, 26.5 및 27.1도를 특성 피크의 위치로 지정하고  
 다. 본 발명에 따라 제조된 옥시타타늄 프탈로시아닌 전하발생물질은 그 특성 피  
 의 위치가 브래그각 7.2, 9.6, 11.7, 12.7, 13.4, 14.1, 14.8, 18.0, 18.4, 22.3,  
 .1 및 27.2도이며 X-선 회절 패턴의 특징은 브래그각 27.2도에서 가장 강한 피크가  
 나타나며 브래그각 9.6도에서 그 다음으로 강한 피크가 나타나고 브래그각 9.6도 및  
 .1도의 피크는 단일 피크로 갈라짐이 없으며 브래그각 26도 및 28도 부근에 피크가  
 는 것을 특징으로 한다(이상 브래그각은 2Theta 값으로 +/-0.2도의 범위를  
 진다.).

옥시타타늄 프탈로시아닌은 주로 1,2-디시아노벤젠이나 1,3-다이미노이소인돌린  
 주원료로하고 티타늄원으로는 사염화티탄이나 테트라알콕시티탄을 사용하여

메틸피리딘이나 1-클로로나프탈렌 혹은 퀴놀린 용매하에서 160-200℃에서 6-12시간 동안 반응시킨 후, 정제공정을 거쳐 합성되며 이렇게 합성된 상태를 크루드 상태라 한다. 일본 특허 제62-256865호에서는 1,2-디시아노벤젠과 사염화티탄을 사용하는 방법을, 미국 특허 제4,971,877호에서는 1,3-다이미노이소인돌린과 테트라알콕시티올 사용하는 방법을, 일본 논문 Bull. Chem. Soc. Jpn., 68, 1001-1005, 1995에서 1,2-디시아노벤젠과 테트라부톡시티탄을 사용하는 방법을 기술하고 있다. 이렇게 얻은 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드는 입자가 크며 전자사진 특성 또한 나빠서 하발생물질로서 사용될 수 없다. 따라서 적절한 후처리 가공공정을 거쳐야만 높은 광성을 갖는 전하발생물질로서 사용될 수 있다. 옥시티타늄 프탈로시아닌의 구조식 다음의 화학식 1과 같다.

화학식 1]



옥시티타늄 프탈로시아닌의 대표적인 후처리 가공공정은 크게 진한 황산이나 과로겐화카르복시산 등의 강산에 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드를 녹이고 난 뒤 물 나 여러 가지 유기 용제에서 재결정을 시킨 후 할로벤젠, 할로나프탈렌 등의 할로

화방향족 용제치리를 하여 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질층을 얻는 방법이다. 미국 특허 제5,164,483호에서는 진한 황산과 클로로벤젠을 사용하는 방법을, 국 특허 제5,252,417호에서는 트리클루오로아세트산과 클로로벤젠을 사용하는 방법, 미국 특허 제5,786,121호에서는 펜타클루오로프로피온산과 클로로벤젠을 사용하는 방법을, 미국 특허 제6,521,387호에서는 진한 황산과 1,2-디클로로에탄을 사용하는 방법을, 미국 특허 제5,773,184호에서는 디클루오르아세트산 혹은 디클로로아세트 을 사용하는 방법을 기술하고 있다.

옥시티타늄 프탈로시아닌의 대표적인 후처리 가공공정중 다른 하나는 옥시티타 프탈로시아닌 크루드를 블밀, 진등밀, 아트리터, 레드데빌 등과 같은 분쇄기에서 식분쇄한 후 유기용제 처리를 하는 방법이 있다. 미국 특허 제5,567,559호에서는 밀과 n-부틸에테르를 사용한 방법을, 미국 특허 제5,059,355호에서는 피인트 웨이 와 1,2-디클로로벤젠을 사용한 방법을 기술하고 있다.

이들 관련 문헌으로 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질들은 그 전자 전 특성이 우수하지만 테트라하이드로퓨란 등 여러 가지 유기용제에 대한 결정안정 이 매우 약해 전하발생층 코팅액을 제조한 후 저장안정성이 극도로 취약하여 보관 이 떨어지는 단점이 있다. 또한 산에 녹이거나 분쇄한 후 유기용제 처리 단계에서 도에 상당히 민감하여 유기용제 처리단계에서 온도조절에 상당한 주의를 기울여야 다는 단점이 있다. 이들 문제점들은 결정이 완전히 감마-형으로 전이되지 못하고 량의 베타-형 혹은 알파-형의 결정들이 남아 있음으로 인해 유기용제 속에서 혹은

온에서 이미 형성된 감마-형 결정들이 보다 안정한 베타-형 혹은 알파-형의 결정으로 전이되는데 기인하는 것으로 사료된다.

#### [발명이 이루고자 하는 기술적 과제]

본 발명에서는 상기한 문제점들인 취약한 결정안정성 및 온도 민감성으로 인한 정상의 번거로움을 해결하기 위해 마이크로파와 초음파를 이용하여 27.2±0.2 °의 치에서만 피크가 존재하는 새로운 결정형의 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드를 합하고 이를 후처리 가공하여 결정안정성이 우수한 고품질의 옥시타늄 프탈로시아 전하발생물질의 제조방법을 제공하고자 한다.

또한, 본 발명에서는 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10~3000W의 마크네톤 (1)과 마이크로파 용기 (2) 내의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위한 모드 교반기 (3), 정확 반응물의 온도 측정 및 조절을 행하기 위한 PID 방식 온도제어기 (8), 마이크로파 기 (2)의 상단면에서 세 개의 구멍에 삽입된 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4), 용기 (5), 교반봉 (6), 마이크로파 용기 (2)의 하단면에 뚫린 한개의 구멍에 삽입된 초파 튜 (7), 반응물이 투입되는 파이렉스 용기 (9) 및 용매 탱크 (10)로 이루어진 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 합성하는 장치를 제공하는 것이다.

또한, 본 발명에서는 상기 방법으로부터 제조된 고품질의 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 제공하는 것이다.

또한, 본 발명에서는 상기 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 사용하여  
조된 광전도체를 제공하는 것이다.

#### 발명의 구성 및 작용]

본 발명의 일견지에 의하면, 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드들 유기용매와 합  
균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로파와 1  
1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파 에너지를 적용하고 30-100℃의 온도에서 0.5-5시  
동안 반응시키는 것을 특징으로 하는 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제  
방법이 제공된다.

본 발명의 다른 견지에 의하면, 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 100-3000W의 마크  
트론 (1)과 마이크로파 용기 (2) 내의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위한 모드 교  
기 (3), 정확한 반응물의 온도 측정 및 조절을 행하기 위한 PID 방식 온도제어기  
, 마이크로파 용기 (2)의 상단면에서 세 개의 구멍에 삽입된 마이크로파 차폐된 K  
열전대 (4), 음속기 (5), 교반봉 (6), 마이크로파 용기 (2)의 하단면에 뚫린 한개의  
명에 삽입된 초음파 텡 (7), 반응물이 투입되는 파이렉스 용기 (9) 및 용매 탱크 (10)  
이투어지고, 파이렉스 용기 (9)내에서 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드들 유기용  
와 함께 균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로  
와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파 에너지를 적용하고 마이크로파 차폐된 K형  
열전대 (4) 및 PID 방식 온도제어기 (8)를 이용하여 정밀하게 조절하면서 30-100℃의  
도에서 0.5-5시간동안 반응시켜 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 합성하는  
을 특징으로 하는 장치가 제공된다.

본 발명의 또 다른 견지에 의하면, 상기 방법으로부터 제조된 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질이 제공된다.

본 발명의 또 다른 견지에 의하면, 상기 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질 사용하여 제조된 평전도체가 제공된다.

이하에서 본 발명을 보다 상세하게 설명하면 다음과 같다.

본 발명은 마이크로파와 초음파를 이용하여 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생질을 제조한다.

옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드들 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 마이크로파를 적용하고 열을 가하여 반응시킨다.

본 발명에 사용되는 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드는 일반적으로 이 기술분야 알려진 방법에 의해 제조된 것일 수 있다. 그 중 미국 특허 제4,871,877호의 1,3-이미노이소인돌린과 테트라알콕시티탄을 사용하는 방법과 일본 논문 Bull. Chem. Soc. Jpn., 68, 1001-1005, 1995에서는 1,2-디시아노벤젠과 테트라부콕시티탄을 사용하는 방법으로 두 종류의 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드들 합성할 수 있다. 전자의 경우는 일반적인 제래식 합성 장치를 사용하는 경우이며, 후자의 경우는 한국 특허 출원번호: 제10-2003-0030726호)에서 언급한 마이크로파와 초음파를 이용한 합성 장치를 사용하여 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드들 합성하는 경우이다. 더욱 상세히, 2-디시아노벤젠이나 1,3-다이미노이소인돌린을 주원료로하고 티타늄원으로는 테트

알콕시티탄을 사용하여 N-메틸피롤리돈이나 1-클로로나프탈렌 혹은 퀴놀린 용매하  
서 160-200℃에서 0.1-12시간동안 제래식 혹은 마이크로파 합성 장치들 이용하여  
응시킨 후, 경제공정을 거쳐 합성된 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드가 사용될 수  
다.

상기 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드는 상온이하의 온도에서 산에 녹인 후 제  
정된 것이나 혹은 건식 또는 습식 분쇄된 것을 사용하는 것이 바람직하다. 이때 산  
황산, 인산 또는 할로겐화카복시산이 바람직하며, 제결정에 사용되는 용매로는  
지방족 및 방향족 알코올, 케톤, 에테르, 에스테르 또는 그 혼합용액이 바람직하  
. 지방족 알코올로는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 이소부탄  
이 바람직하며, 방향족 알코올로는 벤질알코올이 바람직하며, 케톤으로는 아세톤,  
틸에틸케톤, N-메틸피롤리돈, 테트라하이드로퓨란이 바람직하며, 에테르로는 에틸  
테르, n-부틸에테르가 바람직하며, 에스테르로는 아세트산메틸 및 아세트산에틸이  
람직하다.

유기용매는 할로겐화벤젠, 할로겐화나프탈렌 또는 이들과 물의 혼합용액이 바람  
하다. 보다 바람직하게 상기 유기용매는 물과 할로겐화벤젠 또는 할로겐화나프탈렌  
1:1 ~ 10:1로 혼합한 것이 사용된다. 이때 할로겐은 염소, 불소, 브롬 또는 요오  
일 수 있으며 그 치환개수는 1-4가 바람직하다.

유기용매와 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 혼합비는 특별히 한정하지는 않  
나 1:1 ~ 10:1의 비율로 혼합하는 것이 바람직하다.

마이크로파 적용시 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W으로 하는 것이



탐작하며, 만일 이러한 범위를 벗어나는 경우 정확한 온도 조절이 어려울 뿐만 아니라 마이크로파의 특성인 균일가열 및 부피발열 특성이 적절히 적용되지 못하는 문제가 발생할 수 있다. 이때 반응시 온도는 30-100℃로 하며, 이 온도범위를 벗어나는 경우, 결정이 완전히 감마-형으로 전이되지 못하고 소량의 베타-형 혹은 알파-형의 결정들이 남아 있음으로 인해 유기용제 속에서 혹은 고온에서 이미 형성된 감마-형 결정들이 보다 안정한 베타-형 혹은 알파-형의 결정으로 전이되는 문제가 발생할 수 있으며, 바람직한 온도는 50-70℃이다. 또한, 반응시간은 0.5-5시간이 바람직하며, 5시간미만인 경우 감마-형으로의 결정전이가 충분히 일어나지 못하며, 5시간을 넘 경우 이미 형성된 감마-형의 결정들이 보다 안정한 베타-형 혹은 알파-형으로 다 결정이 전이되는 문제가 발생할 수 있다. 바람직한 반응시간은 10분-5시간이다.

본 발명에 따라 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질은 예를들어, 다음과 같이 제조될 수 있다.

옥시티타늄 프탈로시아닌을 진한 황산에 녹인 후 2시간 동안 교반한다. 교반이 난 황산 용액을 얼음과 물의 혼합액에 추가하여 재결정시킨다. 재결정을 통해 얻어 옥시티타늄 프탈로시아닌은 여과를 통해 분리하며 여액의 pH가 중성이 될 때까지 세척한다. 세척이 끝난 옥시티타늄 프탈로시아닌 케이크를 물과 클로로벤젠의 혼합액에 분산하여 마이크로파 발생장치에서 60℃에서 1시간 동안 처리한다.

본 발명에 따른 장치는 도 3에 도시되어 있는바, 주파수 2.45GHz, 출력 3000W의 크네트론(1)을 가진 합성 장치로서 마이크로파 용기(2) 내의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위하여 모드 교반기(3)를 설치하였고, 정확한 반응물의 온도 측정 및 조절

행하기 위하여 스테인레스강으로 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4) 및 PID 방식 온도제어기 (8)를 설치하였다. 반응물의 열 효율을 높이기 위하여 분리형 삼구 파이렉스 용기 (9)를 유리 섬유로 단열 시킨 후, 마이크로파 용기 (2)의 중앙에 놓이도록 하였다. 또한, 마이크로파 용기의 상단면에 지름이 1cm 정도인 구멍을 세 개를 뚫어서 열전대 (4), 응축기 (5) 및 교반통 (6)을 설치하였고, 하단면에 지름이 1cm 정도인멍을 한 개 뚫어서 초음파 팁 (7)을 설치하였다. 용매탱크 (10)에는 마이크로파에는 응을 하지 않고 초음파 에너지를 파이렉스 용기내의 반응물로 전달해줄 수 있는 물질인 데칼린 (decalin, decahydronaphthalene)을 채워둔다.

본 발명에 따른 합성 장치로 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드들 파이렉스 용기)내에서 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 000W의 마이크로파와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파 에너지를 적용하고 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4) 및 PID 방식 온도제어기 (8)를 이용하여 정밀하게 조절면서 30-100℃의 온도에서 0.5-5시간동안 반응시켜 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하 생물질을 합성한다. 마이크로파 처리가 완료되면 여과하고 메탄올로 세척한 후 건조기에서 건조한다.

이렇게 마이크로파와 초음파 에너지를 이용해 합성된 옥시티타늄 프탈로시아닌 하발생물질의 X-선 회절 패턴을 보면 브래브 각 (2Theta)이 26.1 ± 0.2 °의 위치에 피크 전혀 없음을 알 수 있다 (도 4 ~ 6 및 12 참조). 이는 결정이 모두 완전한 감마-으로 전이되었다는 것을 의미한다. 입자의 크기도 투사전자현미경사진을 통해 알 있듯이 마이크로파와 초음파를 사용한 경우가 현저히 작고 균일하므로 전하발생층

형액 제조 시 분산시간을 단축할 수 있도록 함으로써 생산성을 증대시킬 수 있다 (

14, 15 참조).

이와 같이 본 발명의 방법으로 제조된 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질은  
래그각  $7.2 \pm 0.2^\circ$ ,  $9.6 \pm 0.2^\circ$ ,  $11.7 \pm 0.2^\circ$ ,  $12.7 \pm 0.2^\circ$ ,  $13.4 \pm 0.2^\circ$ ,  $14.1 \pm 0.2^\circ$ ,  
 $18.0 \pm 0.2^\circ$ ,  $18.4 \pm 0.2^\circ$ ,  $22.3 \pm 0.2^\circ$ ,  $23.4 \pm 0.2^\circ$ ,  $24.1 \pm 0.2^\circ$ ,  $24.5 \pm$   
 $2^\circ$  및  $27.2 \pm 0.2^\circ$ 에서 X-선 회절 특성 피크를 갖는다.

상기 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질은 광전도체, 특히 유기광전도체를  
조하는데 유용하게 사용될 수 있다.

이하에서 본 발명을 실시예와 비교예를 통하여 더욱 상세히 설명하나 본 발명이  
들 예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

#### 실시예 1(옥시타늄 프탈로시아닌 크루드의 합성)

##### 합성에 1

본 발명의 합성 장치들 이용하여 파이렉스 용기 (9)에 1,2-디시아노벤젠 51.26g,  
소 12.14g, 테트라부톡시티탄 34.38g, 노나놀 100g을 넣고 마이크로파와 28kHz,  
0W의 초음파 에너지를 적용하여 160-170℃에서 0.1-6시간 동안 반응물을 균일하게  
반시켜 옥시타늄 프탈로시아닌을 합성하였다. 반응 중 반응물의 온도 조절은 PID  
식 온도제어기 (8)로 1℃의 오차 범위에서 정밀하게 조절하였고 이에 따라 마이크  
파의 출력이 10-3000W의 범위에서 조절되며, 마이크로파와 초음파 에너지는 반응의

1기부터 함께 사용하였다. 이렇게 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회절패턴을 [도 1]에 나타내었다.

## 1.2. 합성예 2

8. 실험식 합성 장치틀 이용하여 파이렉스 용기에 1,3-다이미노이소인돌린 12.5g, 테트루복시티탄 29.31g, 퀴놀린 100g을 넣고 170-180℃에서 0.1-6시간 동안 반응물을 일하게 교반시켜 옥시티타늄 프탈로시아닌을 합성하였다. 이렇게 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회절패턴을 [도 2]에 나타내었다.

## 1.3. 실시예 2

비이커에 97%황산 300g을 계량하여 담고 교반하였다. 황산의 온도가 10℃이하가 되면 온도를 유지하면서 실시예 1의 합성예 2에 의해 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드 10g을 서서히 녹인 후 2시간 동안 교반하였다. 교반이 완료된 황산용액을 물에 서서히 추가하여 옥시티타늄 프탈로시아닌을 재결정시키고 여과하여 옥시티타늄 프탈로시아닌을 분리하고 여액의 pH가 중성이 될 때까지 물로 세척하였다. 세척 완료된 옥시티타늄 프탈로시아닌 케이크를 클로로벤젠 100ml와 물 100ml (케이크에 함유된 물 포함)의 혼합용액에 추가한 후 마이크로파 발생장치

넣었다. 마이크로파 발생장치에서 PID온도 조절기를 이용하여 30분 동안 50℃로  
열하고 50℃에서 1시간 동안 교반한 후 상온으로 식혔다. 상온으로 식힌 반응물을  
과하여 옥시티타늄 프탈로시아닌을 분리하고 메탄올로 세척하였다. 세척이 완료된  
시티타늄 프탈로시아닌을 건조기에서 건조하여 9.8g의 옥시티타늄 프탈로시아닌 전  
발생물질을 얻었다. 이렇게 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절패턴을 [  
4]에 나타내었다.

옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴은 다음과 같은 조건하에서 측정하였

X-선 전구: Cu

Cu K-알파 파장 (Å): 1.54056

전압 (kV): 40.0

전류 (mA): 100.0

출발 각 (° 2Theta): 5.00

경지 각 (° 2Theta): 45.00

스텝핑 각 (° 2Theta): 0.020

또한 본 발명에 따른 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 전자 현미경 사  
(30,000배)은 [도 14]과 같다.

실시예 3

실시에 2에서 마이크로파 처리 온도를 60℃로 한 것 외에는 실시에 2와 동일하  
실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타늄 프탈로시아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패  
음 [도 5]에 나타내었다.

#### 실시에 4

실시에 2에서 마이크로파 처리 온도를 70℃로 한 것 외에는 실시에 2와 동일하  
실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타늄 프탈로시아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패  
음 [도 6]에 나타내었다.

#### 비교예 1

실시에 2에서 마이크로파를 사용하지않고 재래식 열원인 자석식 가열교반기를  
용한 외에는 실시에 2와 동일하게 실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타늄 프탈로  
아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패턴을 [도 7]에 나타내었다. 또한, 이렇게 얻어진  
시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 전자 현미경 사진(30,000배)은 [도 15]와  
다.

#### 비교예 2

실시에 3에서 마이크로파를 사용하지않고 재래식 열원인 자석식 가열교반기를  
용한 외에는 실시에 3과 동일하게 실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타늄 프탈로  
아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패턴을 [도 8]에 나타내었다.

### 비교예 3

실시에 4에서 마이크로파를 사용하지 않고 재래식 열원인 자석식 가열교반기를  
용한 외에는 실시예 4와 동일하게 실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타타늄 프탈로  
아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패턴을 [도 8]에 나타내었다.

### 실시에 5

실시에 3에서 얻어진 옥시타타늄 프탈로시아닌 5g을 20g의 테트라하이드로퓨란  
분산시키고 5일간 방치한 후 여과하여 건조하였다. 건조된 옥시타타늄 프탈로시아  
의 X-선 회절패턴을 [도 10]에 나타내었으며 여전히 감마-형의 결정형을 유지하고  
음을 알 수 있다.

### 비교예 4

비교예 2에서 얻어진 옥시타타늄 프탈로시아닌 5g을 20g의 테트라하이드로퓨란  
분산시키고 5일간 방치한 후 여과하여 건조하였다. 건조된 옥시타타늄 프탈로시아  
의 X-선 회절패턴을 [도 11]에 나타내었으며 모든 결정이 감마-형에서 베타-형으로  
완전히 전환되었음을 알 수 있다.

### 실시에 6

실시에 2에서 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드를 실시에 1의 합성에 1에서 얻어  
것으로 사용한 것 외에는 실시에 2와 동일하게 실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시  
타늄 프탈로시아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패턴을 [도 12]에 나타내었다.

#### 실시에 7

실시에 6에서 얻어진 옥시타늄 프탈로시아닌 5g을 20g의 테트라하이드로퓨란  
분산시키고 5일간 방치한 후 여과하여 건조하였다. 건조된 옥시타늄 프탈로시아  
의 X-선 회절패턴을 [도 13]에 나타내었으며 여전히 감마-형의 결정형을 유지하고  
음을 알 수 있다.

#### X-선 회절패턴의 분석결과

본 발명 장치들 이용해 합성된 실시에 1의 합성에 1의 옥시타늄 프탈로시아닌  
루드의 X-선 회절 패턴을 보면 브래브 각 (2Theta) 27.2±0.2°의 위치에서만 피크가  
재하는 새로운 결정형의 크루드를 나타낸다 (도 1참조). 반면 제래식 합성 장치들  
을해 합성된 실시에 1의 합성에 2의 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회절  
턴은 전형적인 베타-형의 크루드를 나타낸다 (도 2 참조). 이는 본 발명 장치들 이  
한 경우와 제래식 합성 장치들 이용한 경우 합성된 옥시타늄 프탈로시아닌 크루  
가 서로 다른 결정형을 나타낸다는 것을 의미하며 본 발명 장치에 의해 합성된 옥  
타늄 프탈로시아닌 크루드의 경우 감마-형의 특징을 나타내는 27.2±0.2°의 위치  
서만 피크가 존재하므로 후처리 가공공정 후 베타-형의 피크를 전혀 가지지 않으므



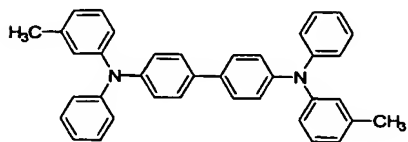
결정안정성이 매우 우수하다. 또한, 본 발명 장치를 이용해 합성된 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생층질의 X-선 회절 패턴을 보면 브래브각 (2Theta)이  $26.1 \pm 0.2^\circ$ 의 위치에 피크가 전혀 없음을 알 수 있다(도 4 ~ 6 및 12 참조). 이는 결정이 모두 완전한 감마-형으로 전이되었다는 것을 의미한다. 반면에 제래식 방법으로 처리하여 만들어진 옥시타늄 프탈로시아닌의 경우 브래브 각 (2Theta)이  $26.1 \pm 0.2^\circ$ 의 위치에 몇한 피크가 나타나는 것을 볼 수 있다(도 7 ~ 9 참조, 원내가 베타-형 특성 피크). 이는 결정이 완전한 감마-형이 아니라 베타-형의 결정을 아직 가지고 있다는 것을 알 수 있으며 베타-형 피크의 세기는 온도가 증가함에 따라 세지는 경향을 보인다. 따라서 제래식 열원으로 후처리 할 경우 온도에 상당히 민감하다는 것을 알 수 있으며 더욱이 50도의 낮은 온도에서도 베타-형 피크가 나타나는 것을 알 수 있다. 반면, 마이크로파를 이용한 경우 베타-형 특성피크가 전혀 없는 완전한 감마-형의 결정을 알 수 있으며 온도에 영향이 거의 없다는 것을 알 수 있다. 또한 피크의 세기 또한 제래식 열원을 사용한 경우보다 마이크로파를 사용한 경우가 현저히 세다는 것을 알 수 있다. 베타-형 결정이 전혀 없는 완전한 감마-형의 결정형이므로 마이크로파를 사용한 옥시타늄 프탈로시아닌은 유기용제에 대한 결정안정성 또한 우수하다. 제래식 열원을 사용한 옥시타늄 프탈로시아닌은 베타-형 결정이 남아있으므로 유기용제 및 온도에 따른 결정안정성이 떨어지며 보다 안정한 베타-형 결정으로 쉽게 이되게 된다.

광전도 드럼의 전사사진 특성의 측정 시험 1

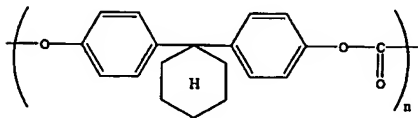
실시에 2에서 얻어진 옥시타늄 프탈로시아닌 2.0g을 폴리비닐부틸알 1.0g, 테트라하이드로퓨란 40g, 지름 1mm인 유리구 110g과 함께 도료분산기에서 5시간동안 분산시킨 후 테트라하이드로퓨란 150g을 추가하여 10분간 추가 분산하여 전하발생층 코팅액을 준비하였다. 산화막처리된 알루미늄 드럼의 표면에 준비된 전하발생층 코팅액 0.2μm두께로 코팅한 후 120℃의 건조기에서 5분간 건조하였다.

200g의 모노클로로벤젠에 N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐벤지딘 (화학식 2) g과 폴리(4,4'-시플로헥실리덴디페닐렌 카보네이트) (화학식 3) 25g을 각각 녹여 전수층 코팅액을 준비하였다.

화학식 2]



화학식 3]



준비된 전하수송층 코팅액은 전하수송층 코팅액은 전하발생층이 코팅된 알루미늄  
드럼에 다시 코팅하여 120 의 건조기에서 30분간 건조하여 20 $\mu$ m의 전하수송층이 형  
되도록하여 광전도 드럼을 제조하였다.

상기와 같이 준비된 광전도 드럼의 전사사진 특성들은 하기와 같은 항목들을 분  
기 PDT-2000 (Quality Engineering Associates Inc, USA)을 사용하여 측정하였으며  
2 결과는 아래 [표 1]에 나타내었다.

#### 1) 초기표면전위 (VDDP)

광전도 드럼을 -6.0kV의 코로나 대전기를 이용하여 대전시켰을 때 광전도 드럼  
면에 발생된 전위를 측정하였다.

#### 2) 암감쇠 (DD5)

광전도 드럼의 표면을 -700V로 대전시킨 후 3초 후 (DD5) 드럼 표면의 전위 변화  
측정하고 초기표면전위에 대한 백분율로 표시하였다.

$$\text{즉, DD5} = (\text{3초 후 표면전위} / \text{초기표면전위}) \times 100 (\%)$$

#### 3) 감도 (E50%)

광전도 드럼의 표면을 -700V로 대전시킨 후 파장이 780nm인 단색광에 드럼 표면  
노출시켰을 때 드럼 표면의 전위가 초기 드럼 표면의 전위의 50%에 해당하는 전  
로 되기위해 필요한 단색광의 세기를 측정하였다.

#### 4) 최종전위 (VF)

드럼표면을 -700V로 대전시킨 후 파장이 780nm이고 세기가 13 J/cm<sup>2</sup>인 단색광에  
출시했을 때 표면전위들 측정하였다.

3전도 드럼의 전자사진 특성의 측정 시험 2 - 6

4시예 3 - 7에서 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌을 사용한 것 외에는 상기 시험 1  
등일하게 실시하였으며 그 결과는 아래 [표 1]에 나타내었다.

3전도 드럼의 전자사진 특성의 측정 시험 7 - 10

1교예 1 ~ 4에서 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌을 사용한 것 외에는 적용 실시예

4 등일하게 실시하였으며 그 결과는 아래 [표 1]에 나타내었다.

E 1) 전자사진 특성 측정 결과

구분	전하량(μC)	VDDP (V)	DOS (μs)	ESD% ( J/cm)	VF (V)
1	실시예 2	-713	95.4	0.100	-48
2	실시예 3	-718	95.6	0.102	-49
3	실시예 4	-713	95.7	0.100	-44
4	실시예 5	-691	92.3	0.102	-50
5	실시예 6	-750	96.8	0.086	-32
6	실시예 7	-721	95.1	0.095	-45
7	비교예 1	-689	91.5	0.130	-56
8	비교예 2	-691	91.5	0.125	-51
9	비교예 3	-687	91.4	0.129	-68
10	비교예 4	-531	70.5	0.398	-53

발명의 효과]

이상에서 상술한 바와 같이 본 발명은 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생층질을 조하기 위해 27.2와 2.2의 위치에서만 피크가 존재하는 새로운 결정형의 옥시티타 프탈로시아닌 크루드를 합성하고 이들 후처리 가공함에 있어서 마이크로파와 초음파를 적용함으로써 완전한 감마-형 옥시티타늄 프탈로시아닌을 얻을 수 있도록 하여 기용제나 온도에 대한 결정안정성을 획기적으로 개선하고 따라서 기존의 옥시티타 프탈로시아닌 전하발생층질의 문제점인 전하발생층 코팅액 제조 후의 취약한 보편 문제들을 해결할 수 있다. 또한 보다 작고 균일한 입자들을 얻을 수 있도록 하여 전하발생층 코팅액 제조시 공정시간을 단축하여 향상된 생산성을 제공한다.

【허청구범위】

§구항 1]

옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드물 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 주파 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로파와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 음파 에너지를 적용하고 30-100℃의 온도에서 0.5-5시간동안 반응시키는 것을 특징로 하는 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법.

§구항 2]

제 1항에 있어서, 상기 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드는 상온이하의 온도에서 산에 녹인 후 재결정된 것이나 혹은 건식 또는 습식 분쇄된 것임을 특징으로 하는 방법.

§구항 3]

제 2항에 있어서, 상기 산은 황산, 인산 또는 할로겐화카르복시산인 것을 특징로 하는 방법.

§구항 4]

제 2항에 있어서, 재결정에 사용되는 용매는 물, 지방족 알코올, 방향족 알코올, 케톤, 에테르, 에스테르 또는 그 혼합용액인 것을 특징으로 하는 방법.

§구항 5]

제 1항에 있어서, 상기 유기용매는 할로겐화벤젠, 할로겐화나프탈렌 또는 이들 물의 혼합용액인 것을 특징으로 하는 방법.

3구항 6]

제 5항에 있어서, 할로겐으로는 염소, 불소, 브롬 또는 요오드로 하고 그 치환 수는 1-4개인 것을 특징으로 하는 방법.

3구항 7]

제 1항에 있어서, 상기 반응은 50-70℃의 온도에서 행해짐을 특징으로 하는 방

3구항 8]

제 1항에 있어서, 상기 반응은 10분-5시간동안 행해짐을 특징으로 하는 방법.

3구항 9]

II 1항에 있어서, 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드는 브래그각 27.2±0.2°에서만 X-회절 특성 피크를 갖는 것임을 특징으로 하는 방법.

3구항 10]

주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10-3,000W의 마크네톨론 (1)과 마이크로파 용기 (2)의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위한 모드 교반기 (3), 정확한 반응물의 온도 측 및 조절을 행하기 위한 PID 방식 온도제어기 (8), 마이크로파 용기 (2)의 상단면에 세 개의 구멍에 삽입된 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4), 응축기 (5), 교반통 (6), 이크로파 용기 (2)의 하단면에 뚫린 한개의 구멍에 삽입된 초음파 팁 (7), 반응물이 입되는 파이렉스 용기 (9) 및 용매 탱크 (10)로 이루어지고, 파이렉스 용기 (9) 내에서 시티타늄 프탈로시아닌 크루드를 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로파와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파



너지들 적용하고 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4) 및 PID 방식 온도제어기 (8)를  
용하여 정밀하게 조절하면서 30-100℃의 온도에서 0.5-5시간동안 반응시켜 옥시타  
늄 프탈로시아닌 전하발생물질층을 합성하는 것을 특징으로 하는 장치.

3구항 11]

제 10항에 있어서, 상기 옥시타늄 프탈로시아닌 코투드는 상온이하의 온도에  
산에 녹인 후 제결정된 것이나 혹은 건식 또는 습식 분쇄된 것임을 특징으로 하는  
장치.

3구항 12]

제 11항에 있어서, 상기 산은 황산, 인산 또는 할로겐화카르복시산인 것을 특징  
로 하는 장치.

3구항 13]

제 11항에 있어서, 제결정에 사용되는 용매는 물, 지방족 알코올, 방향족 알코  
올, 케톤, 에테르, 에스테르 또는 그 혼합용액인 것을 특징으로 하는 장치.

3구항 14]

제 10항에 있어서, 상기 유기용매는 할로겐화벤젠, 할로겐화나프탈렌 또는 이들  
들의 혼합용액인 것을 특징으로 하는 장치.

3구항 15]

제 14항에 있어서, 할로겐으로는 염소, 불소, 브롬 또는 요오드로 하고 그 치환  
수는 1-4개인 것을 특징으로 하는 장치.

부구항 16]

제 10항에 있어서, 상기 반응은 50-70℃의 온도에서 행해짐을 특징으로 하는 장

부구항 17]

제 10항에 있어서, 상기 반응은 10분-5시간동안 행해짐을 특징으로 하는 장치.

부구항 18]

제 10항에 있어서, 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드는 브래그각  $27.2 \pm 0.2^\circ$ 에서 X-선 회절 특성 피크를 갖는 것임을 특징으로 하는 장치.

부구항 19]

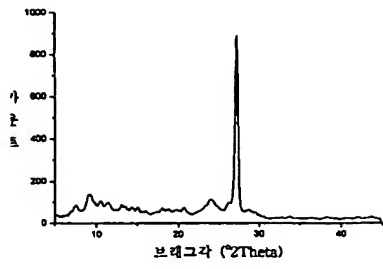
제 1항의 방법에 의해 제조되며, 브래브각  $7.2 \pm 0.2^\circ$ ,  $9.6 \pm 0.2^\circ$ ,  $11.7 \pm 0.2^\circ$ ,  $13.4 \pm 0.2^\circ$ ,  $14.1 \pm 0.2^\circ$ ,  $14.8 \pm 0.2^\circ$ ,  $18.0 \pm 0.2^\circ$ ,  $18.4 \pm 0.2^\circ$ ,  $22.3 \pm 0.2^\circ$ ,  $23.4 \pm 0.2^\circ$ ,  $24.1 \pm 0.2^\circ$ ,  $24.5 \pm 0.2^\circ$  및  $27.2 \pm 0.2^\circ$ 에서 X-선 회절 특성 피크 갖는 것을 특징으로 하는 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질.

부구항 20]

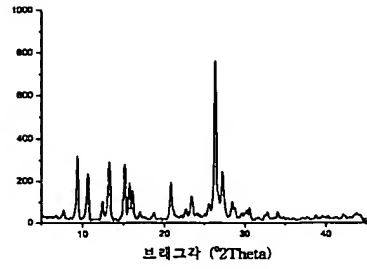
제 19항의 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 사용하여 제조된 광전도체.

【도면】

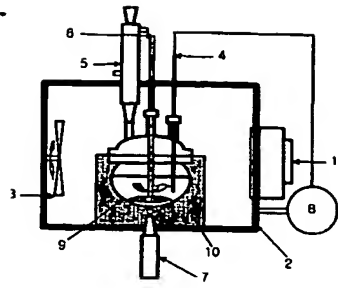
도 1]



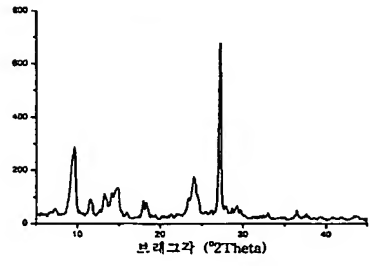
도 2]

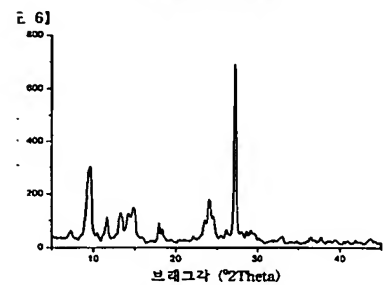
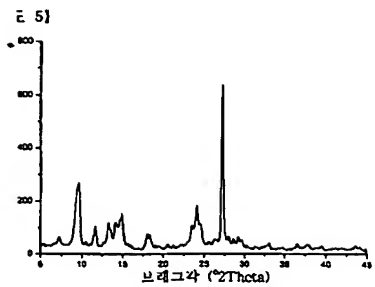


3]

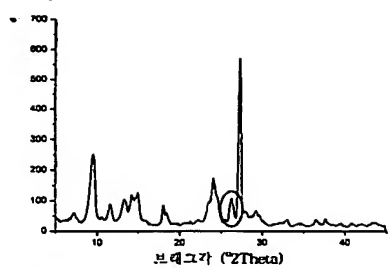


4]

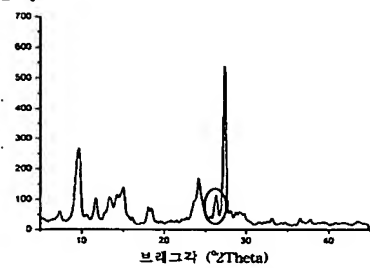


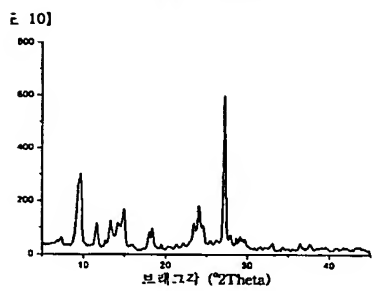
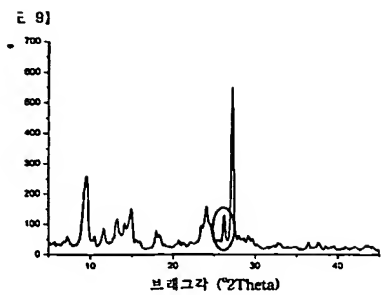


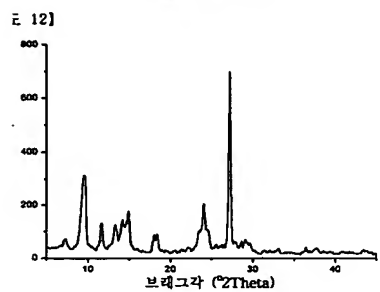
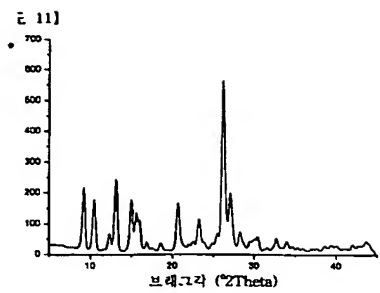
예 7]



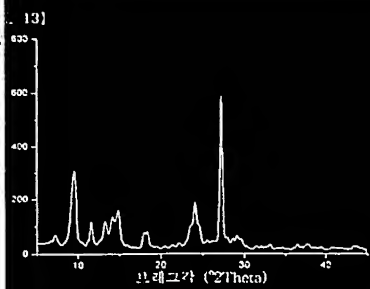
예 8]













# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/KR04/002561

International filing date: 07 October 2004 (07.10.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: KR  
Number: 10-2003-0070060  
Filing date: 08 October 2003 (08.10.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 28 October 2004 (28.10.2004)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**